

(19) Japan Patent Office (JP)

Laid-Open Patent Application

Hei 4 - 41656

(12) Publication of Laid-Open Patent Application (A)

(43) Publ.: February 12, 1992

(51) Int. Cl ⁵		Class. Symbol	Internal No.
C 22 F	1/18	H	8015 - 4K
B 23 P	13/00		8709 - 3C
B 24 B	1/00	Z	8813 - 3C *

Evaluation requested/ not requested
Number of claims: 7
(Total 8 pages in the original)

(54) Title of the Invention:

POLISHING METHOD FOR MIRROR PLANE OF TITANIUM MATERIAL

(21) Patent Application: Hei 2 - 148484

(22) Filing Date: June 8, 1990

(72) Inventor:

Name: Hideaki FUKAI
Address: NKK Corporation
1 - 2, Marunouchi 1-chome, Chiyoda-ku, Tokyo

(72) Inventor:

Name: Toshio SAKIYAMA
Address: NKK Corporation
1 - 2, Marunouchi 1-chome, Chiyoda-ku, Tokyo

(72) Inventor:

Name: Hiroyoshi SUENAGA
Address: NKK Corporation
1 - 2, Marunouchi 1-chome, Chiyoda-ku, Tokyo

(72) Inventor:

Name: Kuninori MINAGAWA
Address: NKK Corporation
1 - 2, Marunouchi 1-chome, Chiyoda-ku, Tokyo

(71) Applicant:

Name: NKK Corporation
Address: 1 - 2, Marunouchi 1-chome, Chiyoda-ku, Tokyo

(74) Agent:

Patent Agent: Takehiko SUZUE and two others

Japanese Laid-Open Patent Application Hei 4 - 41656

Specification

1. Title of the Invention:

POLISHING METHOD FOR MIRROR PLANE OF TITANIUM MATERIAL

2. Scope of Claims:

Claim 1.

A polishing method for a mirror plane of a titanium material, wIn this instance, heating is performed on the titanium material, and finish polishing is performed on the titanium material, the surface of which is finished to a mirror plane.

Claim 2.

The polishing method for the mirror plane of the titanium material according to Claim 1, wherein the maximum surface roughness R_{\max} of the titanium material prior to heating is 0.5 μm or less.

Claim 3.

The polishing method for the mirror plane of the titanium material according to Claim 1 or Claim 2 wherein heating is performed under conditions of 300 °C or higher and 800 °C or lower for 10 minutes or longer.

Claim 4.

The polishing method for a mirror plane of a titanium material according to any of Claims 1 through 3 wIn this instance, the period finish polishing is 5 minutes or longer.

Claim 5.

The polishing method for a mirror plane of a titanium material according to Claim 1 or Claim 2 wIn this instance, the atmosphere for the heating is high vacuum at 10^{-3} Torr or less, or an inert gas atmosphere.

Claim 6.

The polishing method for the mirror plane of the titanium material according to Claim 5 wherein heating is performed under the conditions of 300 °C or higher for 10 minutes or longer.

Claim 7.

The polishing method for the mirror plane of the titanium material according to Claim 5 or Claim 6 wherein the period for finish polishing is 3 minutes or longer.

3. Detailed Explanation of the Invention:

[Industrial Field of Use]

The present invention relates to a polishing method for a mirror plane of a titanium material used for precision instruments and daily articles.

[Prior Art and Problems Overcome by the Invention]

Pure titanium and titanium alloy (hereafter referred to as 'titanium material') are light and high in strength, and their corrosion resistance is superior. They are used for various purposes, extending from structural materials for space aeronautics and chemical industrial materials to commercial-off-the shelf products, such as frames for eyeglasses, watches, and accessories. Although the titanium material has superior characteristics, the demand has not greatly expanded as with iron & steel, aluminum and copper under the present conditions. This is caused by a difficult processing in addition to another problem, where the titanium material is expensive.

One of the difficult processing methods is mirror plane processing, and in the case of the titanium material, a mirror plane cannot be obtained only by a mechanical polishing (for

example, lathe processing or abrasive grain polishing), typically used with other metal materials.

Consequently, where the titanium material is polished to be a mirror plane, conventionally, electrolysis abrasive grain polishing is performed, in a combination of mechanical abrasive grain polishing and electrolysis polishing. For example, in Japanese Laid-Open Patent Application Sho 60 - 217018, a polishing method for a mirror plane is proposed in which a titanium material and a polishing tool are antithetical to each other and the surface of the titanium material is oxidized by an electrolysis effect using electrolysis and including a surfactant. At the same time, the electrode tool is rotated and the surface fretted by the abrasive grains.

Further, for a material that is difficult to process, such as the titanium material, mechano-chemical polishing performed while chemicals are aggressively added for the purpose of improving the subject surface, which is suitable for grinding and polishing, is also effective.

However, the titanium material is an active metal, so even though a mirror plane can be obtained, there is the problem such that an aging effect easily occurs and the surface properties of the obtained mirror plane may become gradually deteriorated. For example, Fig. 3 (a) and (b) are differential interference microscopic pictures that show the surface of the titanium material immediately after finish polishing and after the passage of 48 hours after the finish polishing, respectively. These show that the surface becomes rougher as time passes after the finish polishing.

The present invention has been achieved in consideration of the related circumstances, and their objective is to provide a polishing method for a mirror plane of a titanium material where mirror plane processing can be performed without any associated difficulty, and where the deterioration of the surface properties due to the aging effect after polishing the mirror plane can be prevented.

[Problem Resolution Means and Operation]

As a result of the repetition of studies about the cause of the deterioration on the surface properties due to the aging effect after polishing the mirror plane of the titanium material, the inventors for the present application discovered that, because titanium is an active metal, an extremely thin transmuted layer is formed on the surface after the mirror plane processing and the layer is changed associated with the passage of time, causing the deterioration of the surface properties. Further, as a result of the repetition of various tests, the inventors for the present application have discovered that when the titanium material, after mirror plane processing, is heated, the transmuted layer is changed, resulting in the generation of a heating related by-product, which is easily removable. When a heating related by-product is removed by finish polishing, an excellent mirror plane can be obtained; and it is difficult for a transmuted layer to be formed on the surface after the removal of the heating related by-product, and an aging effect does not substantially occur

in the mirror plane state. The present invention has been achieved based upon this knowledge.

More specifically, the polishing method for a mirror plane of a titanium material relating to the present invention is characterized by the fact that heating is performed on a titanium material. Next, finish polishing is performed on the titanium material and its surface is finished to be a mirror plane, preventing the deterioration of the surface properties due to an aging effect after the mirror plane is polished. Further, general finish polishing can be performed after the heating, so that there will be no difficulty associated with the mirror plane processing.

In this instance, in the case that the surface properties of the titanium material before heating is expressed with the maximum roughness R_{\max} , it is desirable that it be $0.5 \mu\text{m}$ or less. If the R_{\max} is greater than $0.5 \mu\text{m}$, it becomes difficult to obtain a mirror plane only by finish polishing.

The heating has the effect of changing the transmuted layer on the surface to an easily removable heating related by-product, and it is desirable that this treatment be performed at 300°C or higher and at 800°C or lower, and for 10 minutes or longer. If the temperature is lower than 300°C or the period for the heating is shorter than 10 minutes, it becomes difficult to sufficiently change the transmuted layer on the surface to a heating related by-product, and an aging effect on the surface may occur again after the finish polishing. Further, if the temperature is higher than 800°C , the surface roughness becomes greater

due to surface oxidization, and it becomes difficult to obtain an excellent mirror plane by finish polishing in the next process. Then, there is no restriction to the period for the heating as long as it is for 10 minutes or longer. However, even though the period becomes longer, the effect of changing the transmuted layer on the surface becomes saturated, so it is more preferable to be 10 hours or shorter from an economical viewpoint.

Finish polishing after heating has the effect of removing the heating related by-products and to make the surface of the titanium material become superior. For such finish polishing, a mechanical polishing with fine (for example, the average particle diameter is 1 μm or smaller) abrasive grains or an electrolysis abrasive grain polishing can be adopted. As the abrasive grain, this is not particularly limited as long as it is normally used as an abrasive grain, and Al_2O_3 , SiC and TiO_2 generally are preferable. If this period for the finish polishing is shorter than 5 minutes, the heating related by-product may not be sufficiently removed, and it becomes difficult to obtain excellent surface properties. Consequently, it is desirable that the period for the finish polishing be 5 minutes or longer. On this occasion, there is no restriction to the period for the finish polishing as long as it is 5 minutes or longer. However, even though the period becomes longer, the effect of improving the surface properties will become saturated, so it is desirable that it shall be 180 minutes or shorter from an economical aspect.

Heating may be performed in the atmospheric air. However, it is more desirable to be performed at a high vacuum of 10^{-3} Torr or lower, or in an inert gas atmosphere. In the

case that the degree of vacuum is lower than that mentioned above or in the case that it is not in an inert gas atmosphere, the surface of the titanium material may be influenced by the atmosphere on the occasion of the application of heating, and oxidization or nitriding may occur on the surface. However, if the heating is performed at a high vacuum of 10^{-3} Torr or lower, or in an inert gas atmosphere, the surface will not be influenced by the atmosphere. Consequently, it becomes possible to extend the acceptable limits of the conditions for the heating and to reduce the period for finish polishing.

If the heating is performed at a the high vacuum at 10^{-3} Torr or lower, or in an inert gas atmosphere, it is desirable that the temperature when applying heating be 300°C or higher and the period for the heating should be 10 minutes or longer. On this occasion, there is no restriction to the temperature for the heating as long as it is 300°C or higher. However, if it is higher than 1200°C , the surface becomes a two-phase state associated with a liquid phase, and a change in configuration may occur. Therefore, it is more desirable that the temperature be 1200°C or lower. From the standpoint of economics, 1000°C or lower is further desirable. When the heating temperature is lower than 300°C , or, when the period for the heating is shorter than 10 minutes, it becomes difficult to sufficiently change the transmuted layer on the surface into a heating related by-product, and an aging effect may occur again after finish polishing. Further, in this case, it is also more desirable that the period for the heating be 10 hours or shorter from an economic standpoint, similar to the reason cited above. In addition, in this case, it is desirable that the period for finish polishing be 3 minutes or longer. If the period for finish polishing is shorter than 3

minutes, the heating related by-product may not be sufficiently removed. In this instance, there is no restriction to the period for finish polishing as long as it is 3 minutes or longer. However, even though the period becomes longer, the effect to improve the surface properties will be saturated, so it is more desirable that the period be 180 minutes or shorter from an economical standpoint.

[Embodiment]

Embodiments of the present invention are explained hereafter.

Embodiment 1

Commercial grade #2 cold-rolled pure titanium plates, which have a surface area of 100 square mm and 1 mm of thickness, are consecutively polished by grindstones with grit No. #400, #800, #1500 and #4000, respectively, and the surface is processed until its surface properties R_{\max} become 0.1 μm when [the maximum roughness] is expressed with R_{\max} . Subsequently, heating is performed within the range of 200 °C through 900 °C for 60 minutes or for 15 minutes in the atmosphere. In addition, finish polishing is performed for 10 minutes. In this instance, the finish polishing is performed using Al_2O_3 abrasive grains that have an average particle diameter of 1 μm or less. Then, the surface properties (R_{\max}) is examined immediately after polishing and after the passage of 48 hours after polishing.

Conditions for the heating, the conditions for the finish polishing and the test results on this occasion are shown in Table 1.

Further, Fig. 1 shows the summary of the results shown in Table 1 using the relationship between the heating temperature and the surface properties after the passage of 48 hours. As it is obvious from Table 1 and Fig. 1, when the period for the heating is either 60 minutes or 15 minutes, in the case that the heating temperature is within the range of 300 °C through 800 °C, it is confirmed that no aging effect occurs to the surface properties after polishing, and a mirror plane with an excellent surface properties can be obtained even after the passage of 48 hours after polishing.

Embodiment 2

Similar to Embodiment 1, the surface of the commercial grade #2 cold-rolled pure titanium plates, which have a surface area of 100 square mm and 1 mm of thickness, is processed until the R_{\max} becomes 0.1 μm , respectively. Subsequently, heating is performed at 600 °C in the atmospheric air within the range of 5 minutes through 20 minutes. In addition,, as with Embodiment 1, finish polishing is performed for 10 minutes. Then, the surface properties (R_{\max}) are examined immediately after polishing and after the passage of 48 hours after polishing. The conditions for heating and finish polishing and the related test results are shown in Table 2.

As shown in Table 2, if the period for heating is 10 minutes or longer, it is confirmed that no aging effect occurs to the surface properties after polishing, and that a mirror plane with an excellent surface properties can be obtained even after the passage of 48 hours after polishing.

Embodiment 3

Similar to Embodiment 1, the surface of commercial grade #2 cold-rolled pure titanium plates which have a surface area of 100 square mm and 1 mm of thickness, is processed until the R_{\max} becomes 0.1 μm , respectively. Subsequently, heating is performed at 600 °C in the atmospheric air for 60 minutes, and similar to Embodiment 1, finish polishing is performed within the range of 3 minutes through 7 minutes. Then, the surface properties (R_{\max}) are examined immediately after polishing and 48 hours after polishing. The conditions for heating, finish polishing and the test results on this occasion are shown in Table 3.

As shown in Table 3, in the case that the period for the finish polishing is 5 minutes or longer, it is confirmed that the no aging effect occurs to the surface properties after polishing, and that a mirror plane with an excellent surface properties can be obtained even after the passage of 48 hours after polishing.

Embodiment 4

Commercial grade #2 cold-rolled pure titanium plates, which have a surface area of 100 square mm and 1 mm of thickness, are consecutively polished by grindstones with a final grit of #400, #800, and #1500, respectively, and the surface is processed until the R_{\max} becomes within the range of 0.3 μm through 0.7 μm , respectively. Subsequently, heating is performed at 600 °C in the atmosphere for 60 minutes. As with Embodiment 1, finish polishing is performed for 10 minutes. Then, the surface properties (R_{\max}) are examined immediately after polishing and after the passage of 48 hours after polishing. The conditions for the heating, finish polishing and the test results on this occasion are shown in Table 4.

As shown in Table 4, it is been confirmed that in the case that the surface properties R_{\max} before the heating is 0.5 μm or lower, excellent surface properties can be obtained after finish polishing.

Embodiment 5

Similar to Embodiment 1, the surface of the commercial grade #2 cold-rolled pure titanium plates, which have a surface area of 100 square mm and 1 mm of thickness, is processed until the R_{\max} becomes 0.1 μm , respectively. Subsequently, heating is performed within the

range of 200 °C through 1000 °C in the vacuum at 10^{-3} Torr for 60 minutes. In addition, similar to Embodiment 1, finish polishing is performed for 10 minutes. Further, finish polishing is similarly performed to those where heating has been performed within the range of 600 °C through 900 °C in Ar gas atmosphere for 60 minutes. Then, the surface properties (R_{\max}) are examined immediately after polishing and after the passage of 48 hours after polishing. The conditions for the heating, finish polishing and the test results on this occasion are shown in Table 5.

Further, Fig. 2 shows the summary of the results shown in Table 5 using the relationship between the heating temperature and the surface properties after the passage of 48 hours. As shown in Table 5 and Fig. 2, in any atmosphere for heating, as long as the temperature for the heating is 300 °C or higher, it is confirmed that no aging occurs of the surface properties after polishing, and that a mirror plane with excellent surface properties can also be obtained even after the passage of 48 hours after polishing.

Embodiment 6

Similar to Embodiment 1, the surface of the commercial grade #2 cold-rolled pure titanium plates, which have a surface area of 100 square mm and 1 mm of thickness, is processed until R_{\max} becomes 0.1 μm , respectively. Subsequently, heating is performed at 600 °C in the vacuum at 10^{-3} Torr within the range of 5 minutes through 20 minutes. In addition, similar to Embodiment 1, finish polishing is performed for 10 minutes. Then, the surface

properties (R_{\max}) are examined immediately after polishing and after the passage of 48 hours after polishing. The conditions for heating, finish polishing and the test results on this occasion are shown in Table 6.

As shown in Table 2)(sic), if the period for heating is 10 minutes or longer even in a vacuum, it is confirmed that no aging effect occurs of the surface properties after polishing, and that a mirror plane with excellent surface properties can be obtained even after the passage of 48 hours after polishing.

Embodiment 7

Similar to Embodiment 1, the surface of the commercial grade #2 cold-rolled pure titanium plates, which have a surface area of 100 square mm and 1 mm of thickness, is processed until the R_{\max} becomes 0.1 μm , respectively. Subsequently, heating is performed at 600 °C in the vacuum at 10^{-3} Torr for 60 minutes, and similar to Embodiment 1, finish polishing is performed within the range of 1 minute through 7 minutes. Then, the surface properties (R_{\max}) are examined immediately after polishing and after the passage of 48 hours after polishing. The conditions for the heating, finish polishing and the test results on this occasion are shown in Table 7.

As shown in Table 3 (sic), in the case that the period for the finish polishing is 3 minutes or longer, it is confirmed that no aging effect occurs of the surface properties after polishing,

and that a mirror plane with an excellent surface properties can be obtained even after the passage of 48 hours after polishing.

Embodiment 8

Commercial grade #2 cold-rolled pure titanium plates, which have a surface area of 100 square mm and 1 mm of thickness, are consecutively polished by grindstones with final grit #400, #800, and #1500, respectively, and the surface is processed until the R_{\max} becomes within the range of 0.3 μm through 0.7 μm , respectively. Subsequently, heating is performed at 600 °C in vacuum at 10^{-3} Torr for 60 minutes, and similar to Embodiment 1, finish polishing is performed for 10 minutes. Then, the surface properties (R_{\max}) are examined immediately after polishing and after the passage of 48 hours after polishing. Conditions for the heating, finish polishing and the test results on this occasion are shown in Table 8.

As shown in Table 8, it is confirmed that in the case that the surface properties R_{\max} before the heating is 0.5 μm or lower, an excellent surface properties can be obtained after the finish polishing.

Conventional example

Similar to Embodiment 1, the surface of the commercial grade #2 cold-rolled pure titanium plate, which has a surface area of 100 square mm and 1 mm of thickness, is processed until R_{\max} becomes 0.1 μm . Subsequently, similar to Embodiment 1, finish polishing is performed for 10 minutes. Then, the surface properties (R_{\max}) are examined immediately after polishing and after the passage of 48 hours after polishing. As a result, it is confirmed that the surface properties R_{\max} immediately after polishing is 0.6 μm and no sufficient mirror plane can be obtained. Further, after the passage of 48 hours, the surface properties R_{\max} is additionally deteriorated to 0.2 μm due to an aging effect.

Furthermore, in the above-mentioned embodiments, cases where pure titanium is polished to be a mirror plane have been explained. However, the present invention is not limited to these embodiments, and it is adoptable to titanium alloy, such as Ti - 5Al - 2.5Sn, Ti - 6Al - 4V or Ti - 15V - 3Al - 3Sn - 3Cr. Further, the polishing method is also not limited to the abrasive stone polishing method, and the electrolysis abrasive grain polishing may also be adopted.

Table 1

Condition for heating			Period for finish polishing (min.)	Surface properties R_{\max} (μm)		
Temperature ($^{\circ}\text{C}$)	Period (min.)	Atmosphere		Before heating	Immediately after polishing	After time passage of 48 hours after polishing
200	60	Atmospheric air	10	0.10	0.02	0.10
300	60	Atmospheric air	10	0.10	0.02	0.02
400	60	Atmospheric air	10	0.10	0.02	0.02

500	60	Atmospheric air	10	0.10	0.02	0.02
600	60	Atmospheric air	10	0.10	0.02	0.02
700	60	Atmospheric air	10	0.10	0.02	0.02
800	60	Atmospheric air	10	0.10	0.02	0.02
900	60	Atmospheric air	10	0.10	0.35	0.35
200	15	Atmospheric air	10	0.10	0.02	0.10
300	15	Atmospheric air	10	0.10	0.02	0.02
500	15	Atmospheric air	10	0.10	0.02	0.02
800	15	Atmospheric air	10	0.10	0.02	0.02
900	15	Atmospheric air	10	0.10	0.33	0.33

Table 2

Condition for heating			Period for finish polishing (min.)	Surface properties R_{\max} (μm)		
Temperature ($^{\circ}\text{C}$)	Period (min.)	Atmosphere		Before heating	Immediately after polishing	After time passage of 48 hours after polishing
600	20	Atmosphere air	10	0.10	0.02	0.02
600	10	Atmosphere air	10	0.10	0.02	0.02
600	5	Atmosphere air	10	0.10	0.02	0.10

Table 3

Condition for heating			Period for finish polishing (min.)	Surface properties R_{\max} (μm)		
Temperature ($^{\circ}\text{C}$)	Period (min.)	Atmosphere		Before heating	Immediately after polishing	After time passage of 48 hours after polishing
600	60	Atmosphere air	7	0.10	0.02	0.02
600	60	Atmosphere air	5	0.10	0.02	0.02
600	60	Atmosphere air	3	0.10	0.20	0.20

Table 4

Condition for heating			Period for finish polishing (min.)	Surface properties R_{\max} (μm)		
Temperature ($^{\circ}\text{C}$)	Period (min.)	Atmosphere		Before heating	Immediately after polishing	After time passage of 48 hours after polishing
600	60	Atmosphere air	10	0.30	0.02	0.02
600	60	Atmosphere air	10	0.50	0.02	0.02
600	60	Atmosphere air	10	0.70	0.20	0.20

Table 5

Condition for heating			Period for finish polishing (min.)	Surface properties R_{\max} (μm)		
Temperature (°C)	Period (min.)	Atmosphere		Before heating	Immediately after polishing	After time passage of 48 hours after polishing
200	60	10^{-3} Torr	10	0.10	0.02	0.10
300	60	10^{-3} Torr	10	0.10	0.02	0.02
400	60	10^{-3} Torr	10	0.10	0.02	0.02
500	60	10^{-3} Torr	10	0.10	0.02	0.02
600	60	10^{-3} Torr	10	0.10	0.02	0.02
700	60	10^{-3} Torr	10	0.10	0.02	0.02
800	60	10^{-3} Torr	10	0.10	0.02	0.02
900	60	10^{-3} Torr	10	0.10	0.02	0.35
1000	60	10^{-3} Torr	10	0.10	0.02	0.10
600	60	Ar gas	10	0.10	0.02	0.02
900	60	Ar gas	10	0.10	0.02	0.02

Table 6

Condition for heating			Period for finish polishing (min.)	Surface properties R_{\max} (μm)		
Temperature (°C)	Period (min.)	Atmosphere		Before heating	Immediately after polishing	After time passage of 48 hours after polishing
600	20	10^{-3} Torr	10	0.10	0.02	0.02
600	10	10^{-3} Torr	10	0.10	0.02	0.02
600	5	10^{-3} Torr	10	0.10	0.02	0.10

Table 7

Condition for heating			Period for finish polishing (min.)	Surface properties R_{\max} (μm)		
Temperature (°C)	Period (min.)	Atmosphere		Before heating	Immediately after polishing	After time passage of 48 hours after polishing
600	60	10^{-3} Torr	7	0.10	0.02	0.02
600	60	10^{-3} Torr	5	0.10	0.02	0.02
600	60	10^{-3} Torr	3	0.10	0.02	0.02
600	60	10^{-3} Torr	1	0.10	0.10	0.10

Table 8

Condition for heating			Period for finish polishing (min.)	Surface properties R_{\max} (μm)		
Temperature (°C)	Period (min.)	Atmosphere		Before heating	Immediately after polishing	After time passage of 48 hours after polishing
600	60	10^{-3} Torr	10	0.30	0.02	0.02
600	60	10^{-3} Torr	10	0.50	0.02	0.02
600	60	10^{-3} Torr	10	0.70	0.20	0.20

[Efficacy of the Invention]

According to the present invention, a titanium material, which is a material that is difficult to be processed, can be polished to a mirror plane without experiencing any difficulty; in addition, an aging effect to the mirror plane state can be prevented.

4. Brief Explanation of Drawings:

Fig. 1 is a chart that shows the relationship between the temperature for heating in the case of performing heating in the atmosphere and the surface properties after the passage of 48 hours after polishing; Fig. 2 is a chart that shows the relationship between the temperature for the heating in the case that the heating is performed in a vacuum and the surface properties after the passage of 48 hours after polishing; and Fig. 3 are metal structure pictures that show the surface conditions of the titanium material immediately after polishing and after the passage of 48 hours after polishing, in the case of using the conventional polishing method for a mirror plane.

Agent for Applicant: Patent agent: Takehiko SUZUE

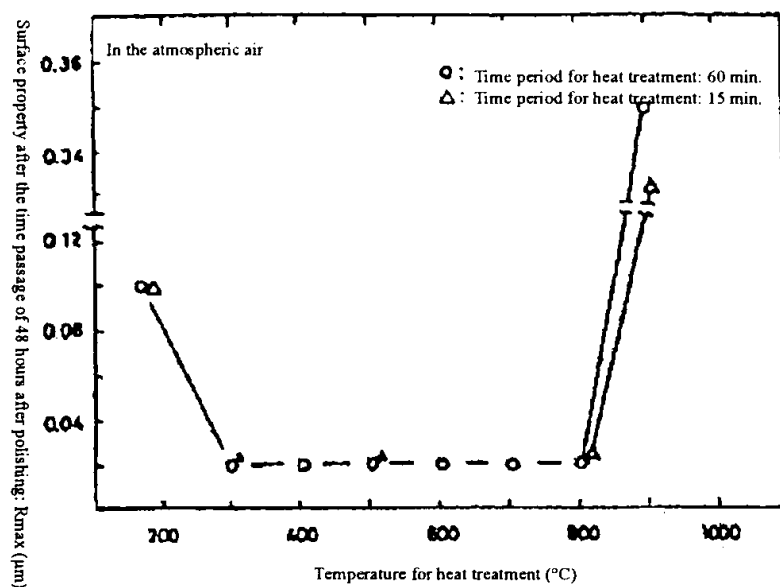


FIG. 1

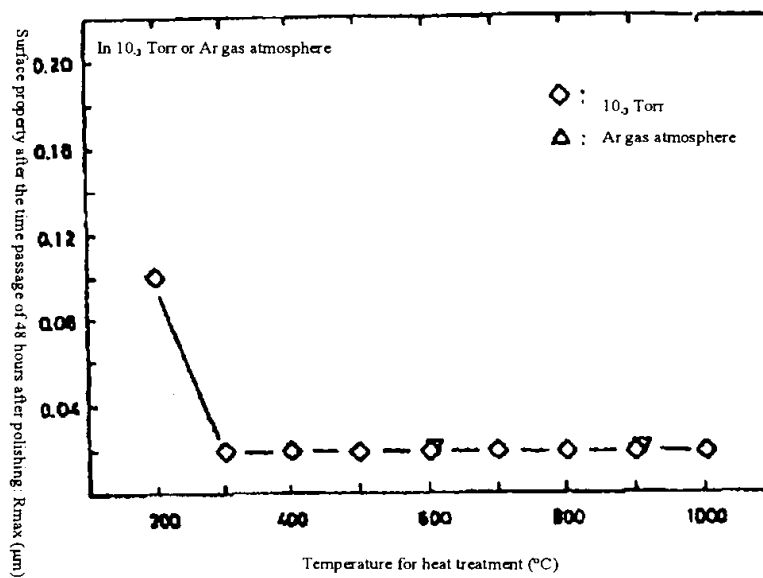
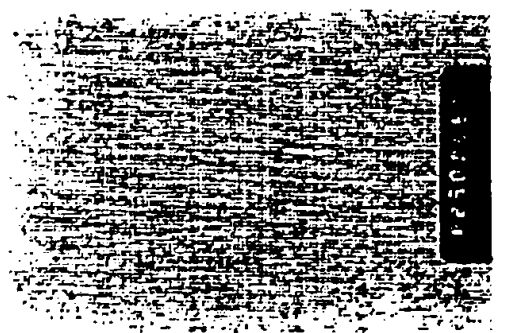


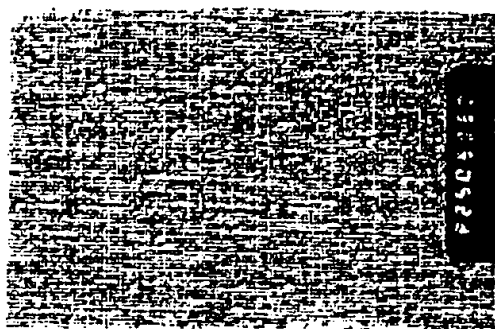
FIG. 2



$\langle R_{max} = 0.02 \mu m \rangle$

25 μm

(a)



$\langle R_{max} = 0.20 \mu m \rangle$

25 μm

(b)

FIG. 3

Continuation from the 1st page:

(51)	Int. Cl. ⁵	Class. No.	Internal No.
	C 22 F 1/02		8015 - 4K
	C 22 F 3/26		7037 - 4K

Amendment

September 12, 1990

To: Commissioner of the Patent Office Mr. Satoshi UEMATSU

1. Case identification:

Japanese Patent Application Hei 2 - 148484

2. Title of the invention:

POLISHING METHOD FOR MIRROR PLANE OF TITANIUM
MATERIAL

3. Person(s) who amends:

Relationship with the case: Patent applicant
(412) NKK Corporation

4. Agent:

7 - 2, Kasumigaseki 3-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 100

Telephone: 03 (502) 3181 (key number)

(5847) Patent agent: Takehiko SUZUE

Seal of
Patent Agent:
Takehiko SUZUE

5. Voluntary amendment:

6. Subject for amendment:

Specification

Patent Office
Sep. 12. 1990
Received
Application
Section

7. Details of amendment:

- (1) Correct 'grit No.' on the 6th line of the 9th page, the 13th line of the 11th page and the 15th line of the 14th page in the [Japanese original] specification to 'yearn count [sic.],' respectively.

- (2) Correct 'at at' on the 9th line of the 12th page in the [Japanese original] specification to 'at'.
- (3) Correct 'Table 3' on the 9th line of the 14th page in the [Japanese original] specification to 'Table 7'.

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平4-41656

⑬ Int. Cl.³

C 22 F 1/18
B 23 P 13/00
B 24 B 1/00

識別記号

H

庁内整理番号

8015-4K
8709-3C
8813-3C※

⑭ 公開 平成4年(1992)2月12日

審査請求 未請求 請求項の数 7 (全8頁)

⑮ 発明の名称 チタン材の鏡面研磨方法

⑯ 特 願 平2-148484

⑰ 出 願 平2(1990)6月8日

⑱ 発 明 者 深 井 英 明 東京都千代田区丸の内1丁目1番2号 日本鋼管株式会社
内

⑲ 発 明 者 崎 山 利 夫 東京都千代田区丸の内1丁目1番2号 日本鋼管株式会社
内

⑳ 発 明 者 末 永 博 義 東京都千代田区丸の内1丁目1番2号 日本鋼管株式会社
内

㉑ 発 明 者 皆 川 邦 典 東京都千代田区丸の内1丁目1番2号 日本鋼管株式会社
内

㉒ 出 願 人 日本鋼管株式会社 東京都千代田区丸の内1丁目1番2号

㉓ 代 理 人 弁理士 鈴江 武彦 外2名

最終頁に続く

明 細 書

1. 発明の名称

チタン材の鏡面研磨方法

2. 特許請求の範囲

(1) チタン材を熱処理し、次いで、該チタン材に仕上研磨を施してその表面を鏡面に仕上げることを特徴とするチタン材の鏡面研磨方法。

(2) 熱処理前のチタン材の最大表面粗さR_aが0.5μm以下であることを特徴とする請求項1に記載のチタン材の鏡面研磨方法。

(3) 熱処理が300℃以上、800℃以下で、かつ10分間以上の条件で行われることを特徴とする請求項1又は2に記載のチタン材の鏡面研磨方法。

(4) 仕上研磨時間が5分間以上であることを特徴とする請求項1乃至3のいずれか1項に記載のチタン材の鏡面研磨方法。

(5) 熱処理の雰囲気が10⁻³Torr以下の高真空、又は不活性ガス雰囲気であることを特徴とする請求項1又は2に記載のチタン材の鏡面研磨方法。

(6) 熱処理が300℃以上で、かつ10分間以上の条件で行われることを特徴とする請求項5に記載のチタン材の鏡面研磨方法。

(7) 仕上研磨時間が3分間以上であることを特徴とする請求項5又は6に記載のチタン材の鏡面研磨方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

この発明は、精密機器、日常用品等に用いられるチタン材の鏡面研磨方法に関する。

〔従来の技術及び発明が解決しようとする課題〕

純チタン及びチタン合金(以下、チタン材と称する)は、軽量で強度が高く、また耐食性にも優れており、宇宙航空用構造材料や化学工業材料から、眼鏡、時計等のフレーム、又は装飾品等の民生用品まで広い用途を有している。しかし、チタン材は、このような優れた特性を有しているが、鉄鋼、アルミニウム、及び銅のように需要が大きく伸びていないのが現状である。これは、チタン材が高価であるという問題に加えて、加工が困

難であるということに起因している。

このような困難な加工の一つに鏡面加工があり、チタン材の場合には他の金属材料のように機械的な研磨(例えば、旋盤加工、砥粒研磨)のみでは、鏡面が得られなかった。

このため、従来、チタン材を鏡面研磨する場合には、機械的な砥粒研磨と電解研磨を併用した電解砥粒研磨が行われている。たとえば、特開昭60-217018号では、チタン材と研磨工具とを対極とし、界面活性材を含む電解質を用いて電解作用によってチタン表面を酸化させ、同時に電極工具を回転させ、砥粒によって擦過する鏡面研磨方法が提案されている。

また、チタン材のような難加工性材料に対しては、研削や研磨に適した表面へ改質するための薬品を積極的に添加しながら研磨するメカノケミカル研磨も有効である。

しかしながら、チタン材は活性金属であるので、例え鏡面が得られたとしても、経時変化を起こしやすく、得られた鏡面の表面性状が次第に悪化し

てしまうという問題がある。例えば、第3図(a)及び(b)は、夫々仕上研磨直後、及び仕上研磨後48時間経過後のチタン材の表面を示した微分干渉顕微鏡写真であるが、これらから、仕上研磨後に時間が経過すると表面が粗くなることがわかる。

この発明はかかる事情に鑑みてなされたものであって、困難性を伴うことなく鏡面加工を施すことができ、かつ、鏡面研磨後の経時変化による表面性状の悪化を防止することができるチタン材の鏡面研磨方法を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段及び作用】

本願発明者らは、チタン材の鏡面研磨後に経時変化による表面性状の悪化が起る原因について検討を重ねた結果、チタンが活性な金属であるため、鏡面加工後の表面に極薄い変質層が形成され、その層が時間とともに変化することが原因であることを見出した。また、本願発明者らは、種々実験を重ねた結果、鏡面加工後のチタン材を加熱すると変質層が変化して容易に除去可能な加熱生成物

が生じること、この加熱生成物を仕上研磨により除去すると良好な鏡面を得ることができること、及び加熱生成物を除去した後の表面は変質層が生成し難く、その鏡面状態は実質的に経時変化しないことを見出した。この発明はこのような知見に基づいてなされたものである。

すなわち、この発明に係るチタン材の鏡面研磨方法は、チタン材を熱処理し、次いで、該チタン材に仕上研磨を施してその表面を鏡面に仕上げることを特徴とする。これにより、鏡面研磨後の経時変化による表面性状の悪化を防止することができる。また、熱処理した後に一般的な仕上研磨を施せばよいので鏡面加工に困難性を伴うことがない。

ここで、熱処理前のチタン材の表面性状が、最大粗さ R_{\max} で表した場合に $0.5\mu\text{m}$ 以下であることが望ましい。 R_{\max} が $0.5\mu\text{m}$ より大きくなると、仕上研磨のみでは鏡面を得ることが困難である。

熱処理は表面変質層を容易に除去が可能な加熱

生成物に変化させる効果を有するものであり、この処理は 300°C 以上、 800°C 以下で10分間以上行うことが望ましい。温度が 300°C で未満又は熱処理時間が10分間未満の場合には、表面変質層を加熱生成物に十分変化させることが困難であり、仕上研磨後に再び表面の経時変化が生じてしまう恐れがある。また、 800°C よりも高い温度では表面の酸化により表面粗さが大きくなり、次工程の仕上研磨で良好な鏡面を得ることが困難である。この際に、熱処理時間は10分間以上であればよいが、時間を長くしても表面変質層を変化させる効果が飽和するので、経済的な観点から10時間以下とすることがより好ましい。

熱処理後の仕上研磨は、加熱生成物を除去し、チタン材表面を優れた表面状態にする効果がある。この仕上研磨は、微細な(例えば平均粒径 $1\mu\text{m}$ 以下)砥粒による機械研磨又は電解砥粒研磨を適用することができる。砥粒としては、通常砥粒として用いられているものであれば特に限定されるものではないが、 Al_2O_3 、 SiC 、 TiO_2

等が好適である。この仕上研磨時間が5分間未満であると、加熱生成物を十分に除去できない恐れがあり、優れた表面性状が得ることが困難である。このため、熱処理後の仕上研磨の時間が5分間以上であることが望ましい。この際に、仕上研磨時間は5分間以上であればよいが、時間を長くしても表面性状を向上させる効果が飽和するので、経済的な面から180分間以下が望ましい。

熱処理は大気中で行なってもよいが、 10^{-3} Torr以下の高真空、又は不活性ガス雰囲気であることがより望ましい。これよりも真空度が低い場合、又は不活性ガス雰囲気でない場合には、熱処理の際にチタン材表面が雰囲気の影響を受け表面の酸化や窒化等が生じる恐れがあるが、 10^{-3} Torr以下の高真空、又は不活性ガス雰囲気中で熱処理を行うことにより雰囲気の影響を受けることがなく、このため、熱処理条件の許容範囲を拡大すること、及び仕上研磨時間を短縮することが可能になる。

10^{-3} Torr以下の高真空、又は不活性ガス雰囲気中で熱処理を行う場合には、熱処理の際の温度が

300℃以上、かつ熱処理時間が10分間以上が望ましい。この際に、熱処理温度は300℃以上であればよいが、1200℃より高温にすると液相との2相状態になり形状変化を生じる恐れがある。従って、1200℃以下であることがより望ましい。経済的な面を考慮すると、1000℃以下がより一層望ましい。熱処理温度が300℃未満、又は熱処理時間が10分間未満では、表面の変質層を十分に加熱生成物に変化させることが困難であり、仕上研磨後に再び経時変化が起る恐れがある。また、この場合にも、上述したのと同様に経済的な面から熱処理時間を10時間以下にすることがより望ましい。さらに、この場合には、仕上研磨の時間が3分間以上であることが望ましい。仕上研磨時間が3分間未満の場合には、加熱生成物を十分に除去できない恐れがある。この際に、仕上研磨時間は3分間以上であればよいが、時間を長くしても表面性状を向上させる効果が飽和するので、経済的な面から180分間以下がより望ましい。

[実施例]

以下、この発明の実施例について説明する。

実施例1

100mm角、厚さ1mmの市販級2種の純チタン冷延板を#400、#800、#1500、#4000の番定の砥石によって順次研磨し、表面性状がR_{max}で表して0.1μmになるまで加工した。その後、大気中で、200℃～900℃の範囲で60分間又は15分間熱処理を行い、さらに、仕上研磨を10分間施した。ここで、仕上研磨は平均粒径1μm以下のA₂O₃砥粒を用いて行った。そして、研磨直後、及び研磨後48時間経過後の表面性状(R_{max})を調査した。この際の熱処理条件、仕上研磨条件、及び試験結果を第1表に示す。

また、この第1表に示す結果を加熱温度と48時間経過後の表面性状との間の関係でまとめたものを第1図に示す。第1表及び第1図から明らかのように、熱処理時間が60分間及び15分間のいずれでも、加熱温度が300℃乃至800℃の

場合に、研磨後の表面性状に経時変化がなく、研磨後48時間経過後も良好な表面性状を有する鏡面が得られることが確認された。

実施例2

実施例1と同様にして、100mm角、厚さ1mmの市販級2種の純チタン冷延板表面をR_{max}が0.1μmになるまで加工した。その後、大気中600℃の温度で5乃至20分間熱処理を行い、さらに実施例1と同様にして仕上研磨を10分間施した。そして、研磨直後、及び研磨後48時間経過後の表面性状(R_{max})を調査した。この際の熱処理条件、仕上研磨条件、及び試験結果を第2表に示す。

第2表に示すように、加熱時間が10分間以上であれば、研磨後の表面性状に経時変化がなく、研磨後48時間経過後も良好な表面性状を有する鏡面が得られることが確認された。

実施例3

実施例1と同様にして、100mm角、厚さ1mmの市販級2種の純チタン冷延板の表面をR_{max}が

0.1 μm になるまで加工した。その後、大気中600℃で60分間熱処理を行い、実施例1と同様にして仕上研磨を3乃至7分間施した。そして、研磨直後、及び研磨後48時間経過後の表面性状(R_{max})を調査した。この際の熱処理条件、仕上研磨条件、及び試験結果を第3表に示す。

第3表に示すように、仕上研磨時間が5分以上の場合に、研磨後の表面性状に経時変化がなく、研磨後48時間経過後も良好な表面性状を有する鏡面が得られることが確認された。

実施例4

100 μm 角、厚さ1 μm の市販級2種の純チタン冷延板を磁石の最終番定を夫々#400、#800、#1500として研磨し、R_{max}を夫々0.3乃至0.7 μm とした。その後、大気中600℃で60分間の熱処理を行い、実施例1と同様にして仕上研磨を10分間施した。そして、研磨直後、及び研磨後48時間経過後の表面性状(R_{max})を調査した。この際の熱処理前の表面性状、熱処理条件、仕上研磨条件、及び試験結果

を第4表に示す。

第4表に示すように、熱処理前の表面性状R_{max}が0.5 μm 以下の場合に、仕上研磨後に良好な表面性状が得られることが確認された。

実施例5

実施例1と同様にして、100 μm 角、厚さ1 μm の市販級2種の純チタン冷延板表面をR_{max}が0.1 μm になるまで加工した。その後、10⁻³Torrの真空中200℃乃至1000℃の範囲で60分間熱処理を行い、さらに実施例1と同様にして仕上研磨を10分間施した。また、Arガス雰囲気中600℃及び900℃で60分熱処理したものについても、同様に仕上研磨した。そして、研磨直後、及び研磨後48時間経過後の表面性状(R_{max})を調査した。この際の熱処理条件、仕上研磨条件、及び試験結果を第5表に示す。

また、この第5表に示す結果を加熱温度と48時間経過後の表面性状との間の関係でまとめたものを第2図に示す。第5表及び第2図に示すように、いずれの熱処理雰囲気においても熱処理温度

が300℃以上であれば、研磨後の表面性状に経時変化がなく、研磨後48時間経過後も良好な表面性状を有する鏡面が得られることが確認された。

実施例6

実施例1と同様にして、100 μm 角、厚さ1 μm の市販級2種の純チタン冷延板表面をR_{max}が0.1 μm になるまで加工した。その後、10⁻³Torrの真空中600℃の温度で5乃至20分間熱処理を行い、さらに実施例1と同様にして仕上研磨を10分間施した。そして、研磨直後、及び研磨後48時間経過後の表面性状(R_{max})を調査した。この際の熱処理条件、仕上研磨条件、及び試験結果を第6表に示す。

第2表に示すように、真空中においても加熱時間が10分間以上であれば、研磨後の表面性状に経時変化がなく、研磨後48時間経過後も良好な表面性状を有する鏡面が得られることが確認された。

実施例7

実施例1と同様にして、100 μm 角、厚さ1 μm

の市販級2種の純チタン冷延板の表面をR_{max}が0.1 μm になるまで加工した。その後、10⁻³Torrの真空中600℃で60分間熱処理を行い、実施例1と同様にして仕上研磨を1乃至7分間施した。そして、研磨直後、及び研磨後48時間経過後の表面性状(R_{max})を調査した。この際の熱処理条件、仕上研磨条件、及び試験結果を第7表に示す。

第3表に示すように、仕上研磨時間が3分以上の場合に、研磨後の表面性状に経時変化がなく、研磨後48時間経過後も良好な表面性状を有する鏡面が得られることが確認された。

実施例8

100 μm 角、厚さ1 μm の市販級2種の純チタン冷延板を磁石の最終番定を夫々#400、#800、#1500として研磨し、R_{max}を夫々0.3乃至0.7 μm とした。その後、10⁻³Torrの真空中600℃で60分間の熱処理を行い、実施例1と同様にして仕上研磨を10分間施した。そして、研磨直後、及び研磨後48時間経過後の

表面性状 (R_{a}) を調査した。この際、熱処理前の表面性状、熱処理条件、仕上研磨条件、及び試験結果を第8表に示す。

第8表に示すように、熱処理前の表面性状 R_{a} が $0.5 \mu\text{m}$ 以下の場合に、仕上研磨後に良好な表面性状が得られることが確認された。

従来例

実施例1と同様にして、 100° 角、厚さ 1mm の市販級2種の純チタン冷延板の表面を R_{a} が $0.1 \mu\text{m}$ になるまで加工した。その後、実施例1と同様にして仕上研磨を10分間施した。そして、研磨直後、及び研磨後48時間経過後の表面性状 (R_{a}) を調査した。その結果、研磨直後の表面性状 R_{a} が $0.06 \mu\text{m}$ であり十分な鏡面が得られないことが確認された。また、48時間経過後には経時変化により表面性状 R_{a} が $0.2 \mu\text{m}$ とさらに悪化した。

なお、上記実施例では純チタンを鏡面研磨する場合について説明したが、これに限らず、 $\text{Ti}-5\text{Al}-2.5\text{Sn}$ 、 $\text{Ti}-6\text{Al}-4\text{V}$ 、 Ti

$-1.5\text{V}-3\text{Al}-3\text{Sn}-3\text{Cr}$ 等のチタン合金にも適用可能である。また研磨方法も砥石研磨に限るものではなく、電解砥粒研磨等でもよい。

第 1 表

熱処理条件			仕上研磨 時間 (分)	表面性状 R_{a} (μm)		
温度 (°C)	時間 (分)	雰囲気		熱処理前	研磨直後	48時間経過後
200	60	大気	10	0.10	0.02	0.10
300	60	大気	10	0.10	0.02	0.02
400	60	大気	10	0.10	0.02	0.02
500	60	大気	10	0.10	0.02	0.02
600	60	大気	10	0.10	0.02	0.02
700	60	大気	10	0.10	0.02	0.02
800	60	大気	10	0.10	0.02	0.02
900	60	大気	10	0.10	0.35	0.35
200	15	大気	10	0.10	0.02	0.10
300	15	大気	10	0.10	0.02	0.02
500	15	大気	10	0.10	0.02	0.02
800	15	大気	10	0.10	0.02	0.02
900	15	大気	10	0.10	0.33	0.33

第 2 表

熱処理条件			仕上研磨 時間 (分)	表面性状 R_{a} (μm)		
温度 (°C)	時間 (分)	雰囲気		熱処理前	研磨直後	48時間経過後
800	20	大気	10	0.10	0.02	0.02
800	10	大気	10	0.10	0.02	0.02
600	5	大気	10	0.10	0.02	0.10

第 3 表

熱処理条件			仕上研磨 時間 (分)	表面性状 R_{a} (μm)		
温度 (°C)	時間 (分)	雰囲気		熱処理前	研磨直後	48時間経過後
600	60	大気	7	0.10	0.02	0.02
600	60	大気	5	0.10	0.02	0.02
600	60	大気	3	0.10	0.20	0.20

第 4 表

熱処理条件			仕上研磨 時間 (分)	表面性状 R_{a} (μm)		
温度 (°C)	時間 (分)	雰囲気		熱処理前	研磨直後	48時間経過後
600	60	大気	10	0.30	0.02	0.02
600	60	大気	10	0.50	0.02	0.02
600	60	大気	10	0.70	0.20	0.20

第 5 表

熱 処 理 条 件			仕 上 研 磨	表面性状 R... (μm)		
温度(℃)	時間(分)	雰囲気	時間(分)	研磨前	研磨後	48時間経過後
200	60	10 ⁻³ Torr	10	0.10	0.02	0.10
300	60	10 ⁻³ Torr	10	0.10	0.02	0.02
400	60	10 ⁻³ Torr	10	0.10	0.02	0.02
500	60	10 ⁻³ Torr	10	0.10	0.02	0.02
600	60	10 ⁻³ Torr	10	0.10	0.02	0.02
700	60	10 ⁻³ Torr	10	0.10	0.02	0.02
800	60	10 ⁻³ Torr	10	0.10	0.02	0.02
900	60	10 ⁻³ Torr	10	0.10	0.02	0.02
1000	60	10 ⁻³ Torr	10	0.10	0.02	0.02
600	60	A r ガス	10	0.10	0.02	0.02
900	60	A r ガス	10	0.10	0.02	0.02

第 6 表

熱 処 理 条 件			仕 上 研 磨	表面性状 R... (μm)		
温度(℃)	時間(分)	雰囲気	時間(分)	研磨前	研磨後	48時間経過後
600	20	10 ⁻³ Torr	10	0.10	0.02	0.02
600	10	10 ⁻³ Torr	10	0.10	0.02	0.02
600	5	10 ⁻³ Torr	10	0.10	0.02	0.10

第 7 表

熱 処 理 条 件			仕 上 研 磨	表面性状 R... (μm)		
温度(℃)	時間(分)	雰囲気	時間(分)	研磨前	研磨後	48時間経過後
600	60	10 ⁻³ Torr	7	0.10	0.02	0.02
600	60	10 ⁻³ Torr	5	0.10	0.02	0.02
600	60	10 ⁻³ Torr	3	0.10	0.02	0.02
600	60	10 ⁻³ Torr	1	0.10	0.10	0.10

第 8 表

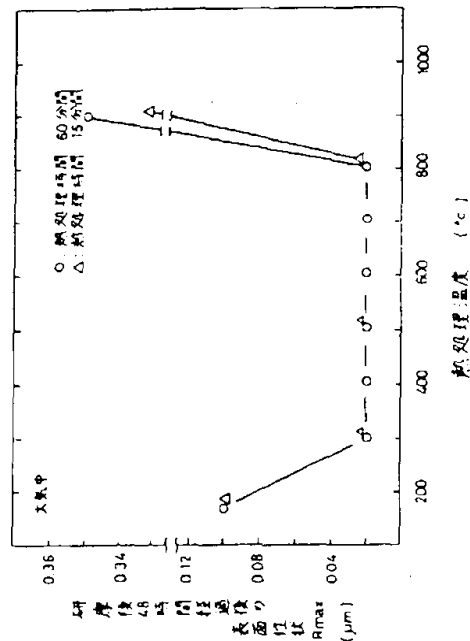
熱 処 理 条 件			仕 上 研 磨	表面性状 R... (μm)		
温度(℃)	時間(分)	雰囲気	時間(分)	研磨前	研磨後	48時間経過後
600	60	10 ⁻³ Torr	10	0.30	0.02	0.02
600	60	10 ⁻³ Torr	10	0.50	0.02	0.02
600	60	10 ⁻³ Torr	10	0.70	0.20	0.20

【発明の効果】

この発明によれば、難加工性材料であるチタン材を困難性を伴うことなく鏡面に研磨することができ、しかも鏡面状態の経時変化を防止することができる。

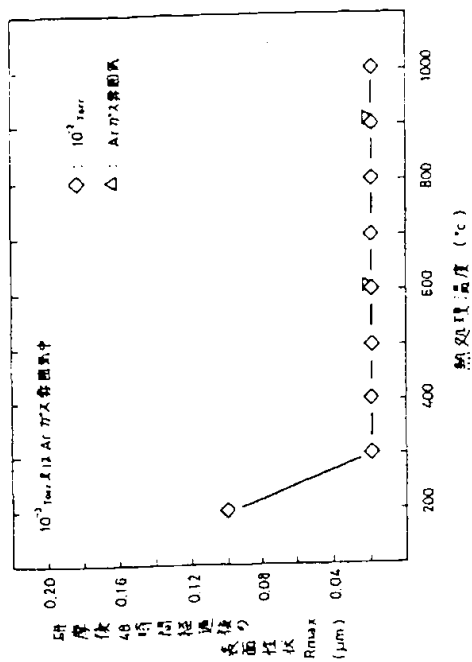
4. 図面の簡単な説明

第1図は大気中で熱処理を行った場合の熱処理温度と仕上研磨後48時間経過後の表面性状との関係を示す図、第2図は真空中で熱処理を行った場合の熱処理温度と仕上研磨後48時間経過後の表面性状との関係を示す図、第3図は従来の鏡面研磨方法を用いた場合における研磨直後及び研磨後48時間経過後のチタン材の表面状態を示す金属顕微鏡写真である。

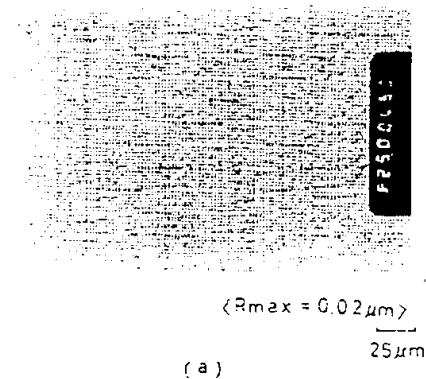


第 1 図

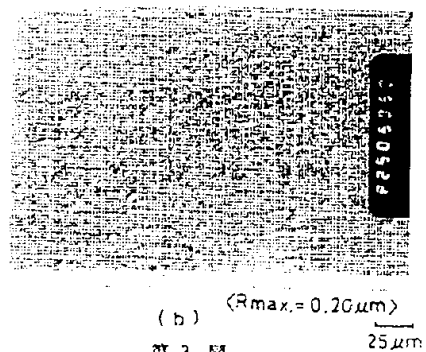
出願人代理人 井理士 鈴江武彦



第 2 図



(a)



(b)

第 3 図

第 1 頁の続き

④Int. Cl. *

C 22 F 1/02
C 25 F 3/26

識別記号

庁内整理番号

8015-4K
7047-4K

手続補正書

平成 2 年 9 月 2 日

特許庁長官 樋 松 敏 殿

1. 事件の表示

特願平2-148484号

2. 発明の名称

チタン材の鏡面研磨方法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

(412) 日本鋼管株式会社

4. 代理人

東京都千代田区麹が関3丁目7番2号

〒100 電話 03(502)3181(大代表)

(5847) 弁護士 鈴 江 武 彦



5. 自発補正

6. 補正の対象

明細書



7. 補正の内容

(1) 明細書第9頁第6行目、第11頁第13行目、及び第14頁第15行目に夫々「番定」とあるのを、「番手」に訂正する。

(2) 明細書第12頁第9行目に「でで」とあるのを、「で」に訂正する。

(3) 明細書第14頁第9行目に「第3表」とあるのを、「第7表」に訂正する。